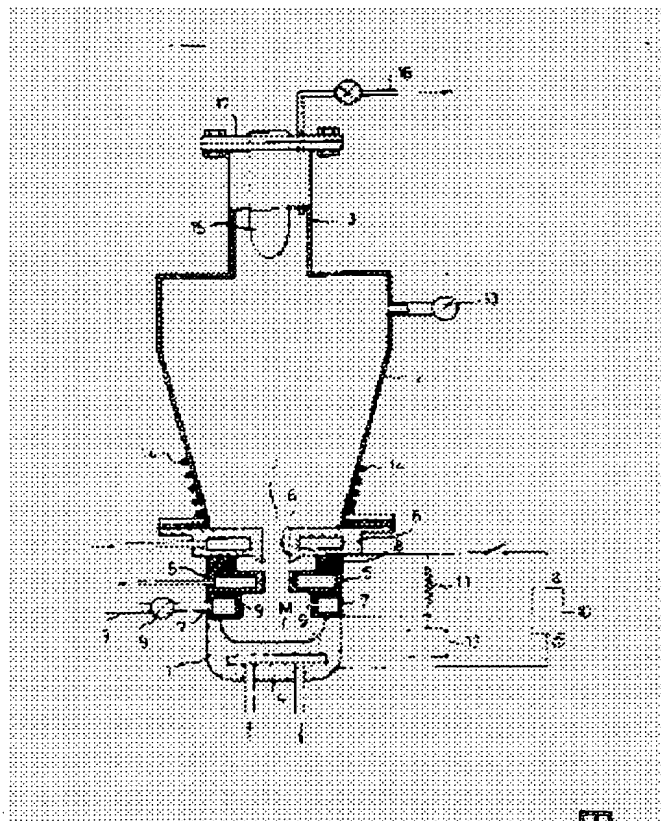


# PRODUCTION OF ULTRA-FINE POWDER AND PARTICLE UTILIZING ARC PLASMA SPUTTERING AND ITS DEVICE

Patent number: JP56136635  
Publication date: 1981-10-26  
Inventor: UEDA RIYOUJI; WADA NOBUHIKO; OOYA HIROO  
Applicant: SHINGIJUTSU KAIHATSU JIGYODAN  
Classification:  
- international: B01J2/00; B01J19/08; B22F1/00; B22F9/12  
- european:  
Application number: JP19800040143 19800329  
Priority number(s): JP19800040143 19800329

## Abstract of JP56136635

**PURPOSE:** To produce ultra-fine particles of  $\leq 1,000$  Angstrom by heating and evaporating metal oxide and carbide, semiconductor material by plasma arc discharging in an inert gas atmosphere thereby making ultra-fine particles. **CONSTITUTION:** Metal oxide or carbide or semiconductor material M is placed on the tray in a vapor generating chamber 1, and the inside of the chamber is evacuated to a vacuum through an exhaust pipe 16, thence the valve 9 of a gas supply pipe 9' in the lower part is opened to introduce an inert gas such as helium into the chamber. Thence, when an upper annular electrode body 6 and a middle annular electrode 5 are connected by way of a high-voltage power source 12, plasma arc discharge takes place, and the vapor of the intended material generates from the material M. The high-temp. helium plasma containing this is ejected through an ejection port J into a cohering cylinder 2. In the cohering cylinder 2, the vapor is cooled and forms fine particles which deposit on the surface of a cooling and capturing device 15.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—136635

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和56年(1981)10月26日

B 01 J 2/00

6703—4G

B 22 F 9/12

6737—4K

// B 01 J 19/08

6953—4G

B 22 F 1/00

6735—4K

発明の数 2

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ アークプラズマスパッタリングを利用した超微粒粉の製造法とその装置

⑯ 特 願 昭55—40143

⑰ 出 願 昭55(1980)3月29日

特許法第30条第1項適用 1979年10月2日～

5日日本物理学会秋の分科会において発表

⑱ 発 明 者 上田良二

名古屋市瑞穂区弥富町円山33

⑲ 発 明 者 和田伸彦

名古屋市千種区向陽町1—23

⑳ 発 明 者 大矢弘男

名古屋市南区道德北町1—3

㉑ 出 願 人 新技術開発事業団

東京都千代田区永田町2丁目5

番2号

㉒ 代 理 人 弁理士 池谷欽一

明 細 書

1. 発明の名称

アークプラズマスパッタリングを利用した超微粒粉の製造法とその装置

2. 特許請求の範囲

(1) 金属微化物及び炭火物並びに半導体物質で高

融点の超微物質を不活性ガス雰囲気中で、且つ、蒸発場所とは分離した箇所において、上記物質をアークプラズマスパッタリングし、その蒸気蒸気を生ぜしめ、高温プラズマ状態のこれら蒸気を放電用の陽極をかねるノズルより別室の蒸発場所に噴出させて超微粒粉を発生せしめることを特徴とするアークプラズマスパッタリングを利用した超微粒粉の製造法。

(2) 蒸発用容器下方の蒸発処理物の蒸発場所とは分

離した密閉個所に蒸発処理物の設置部を設け、これを陽極として上方適宜位置の陽極より放電を生ぜしめるようにし、陽極中央に設けた噴出

口より試物質のアークプラズマを上方の蒸発容器中に噴出せしめることにより発生した超微粒子を同容器上部に設けた冷却捕集器により適宜採取し得るようにしたことを特徴とするアークプラズマスパッタリングを利用した超微粒粉の製造装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、金属、金属微化物及び炭化物、鹽化物並びに半導体で、高融点、超微物質をプラズマアーク放電により高温蒸気とし、これを不活性ガス中に噴出せしめて、上記物質を1000Å以下の超微粉とすることを目的とする方法及び装置に関するものである。

上記高融点超微物質、例えばW、Ta、Mo、SiC、TaC、TiC、NbC、BaC、~~WC~~、~~W~~、~~Ta~~、~~Mo~~、~~Nb~~、~~Ba~~、~~WC~~、BN等の1000Å以下の粉体(超微粉)は、各々の蒸発用原料材として、すぐれた特性を期待されている。そして、これらの超微粉は、磁性材料、粉末冶金材料、化学触媒、光及び電磁波吸収体、

半導体材料等の固体物性材料において種々の優れた性質を示すことが知られているが、その実現には、純粋で完全な性質を有し、且つ、その表面がきわめて清浄なものが要求され、しかも、これら合金の超微粉を多量に、容易に得ることが必要であり、要求されるところである。

従来行われているこれら物質の粉体の製法には、主として化学的方法がとられており、 $1000\text{Å}$ 以下のものを得ることは、きわめて少ない。

また、希ガス中で種々の物質を加熱蒸発せしめて、その蒸気を希ガス中で凝結させて、超微粉を得る方法（以下これをガス蒸発法という）によって種々の金属超微粉を得ることは、従来本発明者等により行われている（例えば特公昭47-27718号公報等参照）。

なお、電気伝抗体、プラズマジェット（特公昭49-1717号公報等参照）、インダクション赤外レーザー光線等を用いたものも本発明者等によって発明されている。

本発明は、物質蒸気の発生に、物質を負極とす

るプラズマアーク放電を用いた高温の物質蒸気発生器より噴出する物質蒸気を、一定圧の不活性ガスの入った凝結室に導き、そこで、超微粉の凝結を行うようにしたものである。

なお、詳細に述べれば、この方法は、従来のガス蒸発における加熱法と異なり蒸気発生源と、凝結の場所とが分離しており、より安全な運転条件と超微粉の生成条件とを期待できるものである。

即ち、従来のガス蒸発においては、物質の蒸発源は、凝結用の不活性ガス雰囲気中におかれているので、加熱された物質表面から直接雰囲気ガス中へ目的物質蒸気が拡散して凝結する。このような配置においては、雰囲気ガス中に生ずる対流や圧力の変化がただちに蒸発源の温度あるいは蒸発速度、拡散状態に影響するため、運転の制御並びに安定条件を得ることに困難がある。本発明方法及び装置にあつては、蒸発源と、ガス雰囲気とを分離することにより、上記困難をとりぞえ、且つ、プラズマスパッタリングによる大きな蒸発量を得るようにしたものである。

次に本発明の方法とその実施する装置につきその実施例を図面を参照して下ら説明すると、図面の装置は、最下部の物質蒸気発生室1と、中間部の凝結室2、その上方に捕集筒3の3部からなっている。

物質蒸気発生室1は、それぞれ水冷できる銅製の3個の環状電極体4、5、6によって構成され、各電極体の間には、絶縁体7及び8で密封されている。このうち7の下部の環状絶縁体の内側には、放射状に不活性ガスの噴射ノズル9が開口し、外部からのヘリウム等の不活性ガス供給管10と連絡されており、9のバルブで供給量の調節が可能となっている。

最下部の電極体4は、上方を皿状の容器とし、この中に被処理物質11が収容できるようになっていて、その外方には、直流電線10の一端が接続されている。

上部環状電極体6は、直流電線10の他端に接続され、中間の環状電極体5も一端に数オームの抵抗器12を介して接続されている。

中部環状電極体5は、一端との間に高圧電源12を介して接続するようになっており、放電開始の際に一時的に接続される。

本器の中間にある凝結室2は、圧力計13の附設している気密容器であつて、その下方の物質蒸気発生室1の蒸気出口Jの附近の凝結室2の下方部外側には、冷却パイプ14、14…が曲曲されている。

本器最上部の捕集筒3の中には、液体窒素を入れた冷却捕集器15が取外自在に取付けられている。また、この捕集筒3には、排気パイプ16が取付けられ、適時そのパイプを操作して排気し、物質蒸気発生室1で出来た目的物質を凝結室2から捕集筒3に移し、ここに取付けた冷却捕集器15表面に附着捕集せしめるようにしたものである。

次に、本発明の方法及び装置の手順を述べると、  
①まず本装置を密閉してから、上部の排気パイプ16より排気して $10^{-5}$  Torrの真空にする。  
②次に、下方の物質蒸気発生室に開口した不活性

ガス供給管9'のバルブ9''を開き、これからヘリウムガス等の不活性ガスを噴射ノズル9より本密閉容器に供給する。

③次に、上方の排気パイプから排気し乍ら、ヘリウムガス等の不活性ガス供給バルブ9''を調整して、本密閉容器内の圧力計13をみながら一定の圧力が出るまで操作する。

④一定圧となったときに、直流電源10を接続し、且つ、高圧電極12のスイッチを入れて放電を開始させる。

⑤放電が開始されると、物質蒸気発生室1上方の皿上に収容された被処理物より、目的の物質蒸気が発生し、これを含んだ高温のヘリウムプラズマが上部電極6のノズル6'より狭束管2の中へ噴射口Jを通じて噴出する。

⑥狭束管の不活性ガス中では、該蒸気は、冷却されて、超微粒子となり、密閉容器内のヘリウムガスと混合され、球状のエアロゾルになる。

⑦このエアロゾルは、上方の排気パイプ16の操作による排気によって、狭束管3中へ上昇し、

りて、対流により上部の採取筒3へエアロゾルとして上昇し、この中の冷却集捕装置15の周辺に附着採取されるものである。

#### 実施例

実施例として、本発明の装置により Sic 微粉を生成した場合を以下に述べる。

試料は市販の Sic 粉末を適当におしきため、約800℃で強度に焼いたものを試料とする。

捕集される Sic 粉末の粒径は、狭束管内の圧力と、流すガスの流量即ち第2図a,bのように圧力が大きいほど小さく、流量が大きいほど大きくなる。

超微粒の生成量は、加えた電力に比例し、不活性ガス噴射ノズル9より送り込むヘリウムガスの流量にも依存する。

(第3図グラフ参照)、流量がある一定値以下では、流量の多いほど収量は大きくなるが、ある一定値を超すと、それ以上は増えない。この上限の値は、加える電力が多いほど多い。

この中に収付けた冷却集捕装置15の表面にふれて超微粒子を析出する。

⑧適時経過後冷却集捕装置15を蓋17と共に取出し、ここに析出付着した超微粒子をかき集め超微粉を捕集するものである。

即ち、本発明の物質蒸気発生装置の動作原理は、以下のようである。

始め、中部電極体5と下部電極体4の間に高圧をかけることによって生じたアーク放電の害により直流電源10(300~1000V)による放電が開始され、放電電流が増加するに従って中部電極5の電位は、抵抗11による電圧降下により、放電は、上部環状電極6との間の主放電へと移行する。

放電が始まると蒸発物質蒸気が発生し、ヘリウムガスばかりでなく、物質蒸気自身も、高温のプラズマとなり、大きな電流が流れる。この蒸気のプラズマがヘリウム…のプラズマとともに、上部環状電極6の中心ノズル6'から噴出口Jを通過して狭束管2中に吹き出し、凝結して超微粒子を発生し、その後は前述したように上方排気の動をか

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の1実施例の横断面図であり、第2図aは、凝結室の圧力と粒径の関係を示すグラフであり、第2図bは、ヘリウムガス流量と粒径の関係を示すグラフである。第3図は、不活性ガス流量と、Sic 超微粉生成量の関係を示すグラフである。

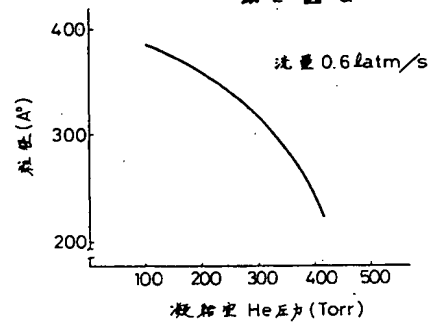
1…物質蒸気発生室、2…狭束管、3…採取筒、4…下部環状電極体、5…中部環状電極体、6…上部環状電極体、6'…電極ノズル、7…下部絶縁体、8…上部絶縁体、9…不活性ガス噴射ノズル、9'…不活性ガス供給管、9''…不活性ガス供給バルブ、10…直流電源、11…抵抗器、12…高圧電源、13…圧力計、14…冷却バルブ、15…冷却集捕器、16…排気バルブ、17…蓋体。

出願人 新技術開発事業団

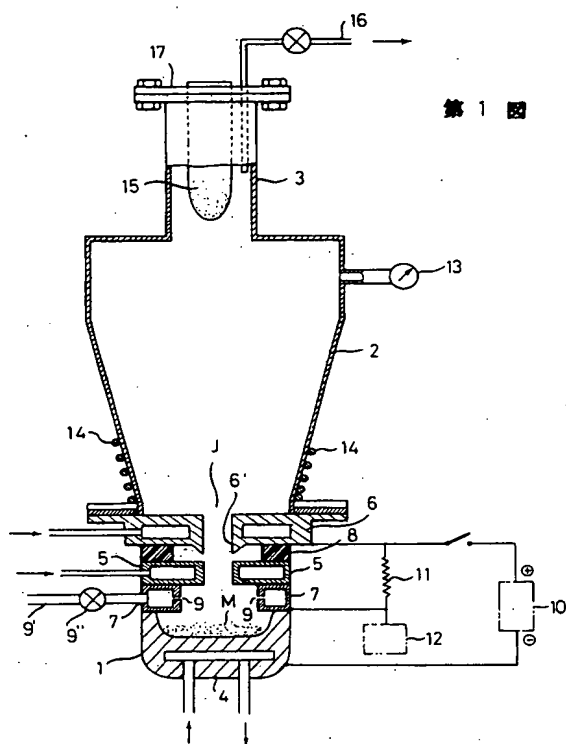
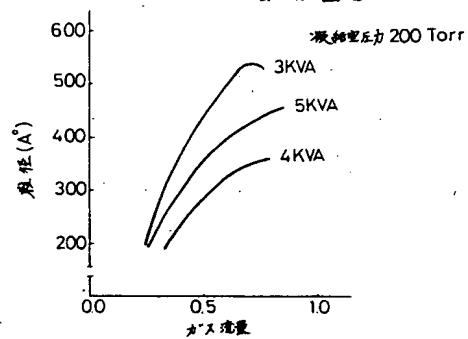
代理人 弁理士 池谷 敏



第2圖 a



第2圖 b



第3圖

